

Abstract attached

(5)

Int. Cl.: C 09 b, 67/00

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



(2)

Deutsche Kl.: 22 a, 67/00

(10)  
(11)

## Offenlegungsschrift 2 135 468

(20)  
(21)  
(22)  
(23)

Aktenzeichen: P 21 35 468.7

Anmeldetag: 15. Juli 1971

Offenlegungstag: 24. Februar 1972

Ausstellungsriorität:

Best Available Copy

(30)  
(31)  
(32)  
(33)

Unionspriorität

Datum: 16. Juli 1970

Land: Großbritannien

Aktenzeichen: 34427-70

(34)

Bezeichnung: Pigmentzusammensetzungen

(36)

Zusatz zu:

(37)

Ausscheidung aus:

(38)

Anmelder: CIBA-Geigy AG, Basel (Schweiz)

Vertreter gem. § 16 PatG: Zumstein sen., F., Dr.; Assmann, E., Dr.; Koenigsberger, R., Dr.; Holzbauer, R., Dipl.-Phys.; Zumstein jun., F., Dr.; Patentanwälte, 8000 München

(39)

Als Erfinder benannt: Bradley, Gordon Frank, Paisley; Price, David, Ayrshire; Hamilton, Alexander, Giffnock, Glasgow; Schottland (Großbritannien)

DT 2 135 468

Dr. P. Zumstein sen. - Dr. E. Assmann  
Dr. R. Königsberger - Dipl. Phys. R. Holzbauer  
Dr. F. Zumstein jun.  
Patentanwälte  
8 München 2, Bräuhausstraße 4/I/II

2135468

Case 3-3357/MA 1449

## Deutschland

### Pigmentzusammensetzungen.

Im Patent Nr.....

(Patentanmeldung P 21 22 521.8) werden modifizierte Diarylidpigmente beschrieben, die bessere Farbstärke und Transparenzeigenschaften aufweisen als die bekannten Diarylidpigmente, wenn sie in Druckfarben eingearbeitet werden. Diese modifizierten Diarylidpigmente werden hergestellt, indem man ein tetrazotisiertes Benzidinpigment mit einer Pigmentkupplungskomponente kuppelt und in das Pigment einen wasserlöslichen Diarylidfarbstoff einarbeitet. Die Ausdrücke "Benzidinpigment" und "Pigmentkupplungskomponente" werden hier nur verwendet, um diese Verbindungen, die das Pigment bilden, von den Verbindungen, die verwendet werden, um den wasserlöslichen Farbstoff zu bilden, zu unterscheiden.

Es wurde nun gefunden, dass das Prinzip, einen Diarylidfarbstoff in ein Diarylidpigment einzuarbeiten, auf gelbe Arylamidpigmente bzw. Arylamidgelbpigmente,  $\beta$ -Naphtolrotpigmente und Arylamidrotpigmente ausgedehnt werden kann.

2135468

Erfindungsgemäß werden Arylamidgelbpigmente hergestellt, indem man ein diazotiertes Pigmentanilin oder ein diazotiertes substituiertes Pigmentanilin mit einem Pigment-acetoacetylaminid-Kupplungsmittel kuppelt und in das Pigment einen wasserlöslichen gekuppelten Farbstoff, vorzugsweise einen Arylamidfarbstoff, einarbeitet. Erfindungsgemäß werden auf ähnliche Weise  $\beta$ -Naphtholrotpigmente oder Arylamidrotpigmente hergestellt, indem man ein diazotiertes Pigmentanilin oder ein diazotiertes substituiertes Pigmentanilin mit Pigment- $\beta$ -naphthol oder mit einem substituierten Pigment- $\beta$ -naphthol oder mit einem Pigment-2-hydroxynaphthalin-3-carbonsäurearylamid-Kupplungsmittel kuppelt und in das Pigment einen wasserlöslichen gekuppelten Farbstoff einarbeitet. Die Vorsilbe "Pigment", die für die Diazokomponente oder für das Kupplungsmittel verwendet wird, soll nur die Verbindungen, die das Pigment bilden, von den Verbindungen, die den Farbstoff bilden, unterscheiden.

Wie oben angegeben, sind die sogenannten Arylamidgelbverbindungen bzw. Arylamidgelbs Azoverbindungen, die man herstellt, indem man ein diazotiertes Anilin oder ein substituiertes Anilin mit einem Acetoacetylaminid kuppelt. Beispiele von wichtigen Arylamidgelb sind:

<u>Colour Index Name</u>	<u>Diazokomponente</u>	<u>Kupplungsmittel</u>
Nr. 11680 Pigment Yellow 1 (Yellow G)	3-Nitro-4-amino-toluol	Acetoacetanilid
Nr. 11665 Pigment Yellow 4 (Yellow 5G)	4-Nitroanilin	Acetoacetanilid
Nr. 11710 Pigment Yellow 3 (Yellow 10G)	4-Chlor-2-nitro-anilin	Acetoacet-o-chlor-anilid

Werden bekannte Arylamidgelbe in Dekorationsfarbenmedien bei erhöhter Temperatur, beispielsweise 70°C, unter Verwendung einer hochgeschwindigen Rührer-Auflösegefäßvorrichtung dispergiert, so wurde gefunden, daß das Produkt

209809 / 1451

eine beachtlich niedrigere Farbstärke besitzt als ähnliche Produkte, in denen das gleiche Pigment sorgfältig bei Zimmertemperatur dispergiert wurde. Soviel wie 30% der Färbekraft können auf diese Weise verlorengehen, und da in den meisten technischen Dispersionsvorrichtungen beim Verarbeiten der Materialien Wärme gebildet wird, kann der Verlust der Farbkraft ein ernstes Problem sein. Es wurde nun gefunden, daß die Einarbeitung eines löslichen Farbstoffs in ein Arylamidgelb, wie es durch die vorliegende Erfindung geschieht, eine Pigmentzusammensetzung ergeben kann, die diesen Verlust der Farbkraft nicht zeigt. Weiterhin wurde gefunden, daß die erfundungsgemäß hergestellten Arylamidgelbzusammensetzungen bessere Fließeigenschaften zeigen, wenn sie in Dekorationsfarbmedien eingeschüttet werden, als bekannte Arylamidgelbe.

Die sogenannten B-Naphtholrots und Arylamidgelbs sind Azoverbindungen, die hergestellt werden, indem man ein diazotiertes Anilin oder ein substituiertes Anilin mit einem B-Naphthol oder mit einem Arylamid von 2-Hydroxynaphthalin-3-carbonsäure kuppelt. Beispiele von wichtigen Rots in diesen Kategorien sind:

Colour Index Nr. <u>und Name</u>	Diazokomponente	Kupplungsmittel
Nr. 12120 Pigment Red 3	3-Nitro-4-aminotoluol - 4-Nitro-2-aminotoluol	2-Naphthol 2-Methylanilid von 2-Hydroxynaphthalin- 3-carbonsäure
Nr. 12460 Pigment Red 9	2,5-Dichloranilin	2-Methoxyanilid von 2-Hydroxy- naphthalin-3- carbonsäure
Nr. 12420 Pigment Red 7	5-Chlor-2-aminotoluol	2-Methyl-4-chlor- anilid von 2- Hydroxynaphthalin- 3-carbonsäure

Colour Index Nr. und Name	Diazokomponente	Kupplungsmittel
Nr. 12385 Pigment Red 12	5-Chlor-2-aminotoluol	2-Methylanilid von 2-Hydroxynaphthalin- 3-carbonsäure

Wie im Falle von Arylamidgelben, die zuvor diskutiert wurden, wurde gefunden, daß  $\beta$ -Naphtholrot- und Arylamidrot-pigmentzusammensetzungen, die erfindungsgemäß hergestellt wurden, bessere Fließeigenschaften aufweisen, wenn sie in Dekorationsfarbmedien eingearbeitet sind, als die bekannten roten Pigmente dieser Arten.

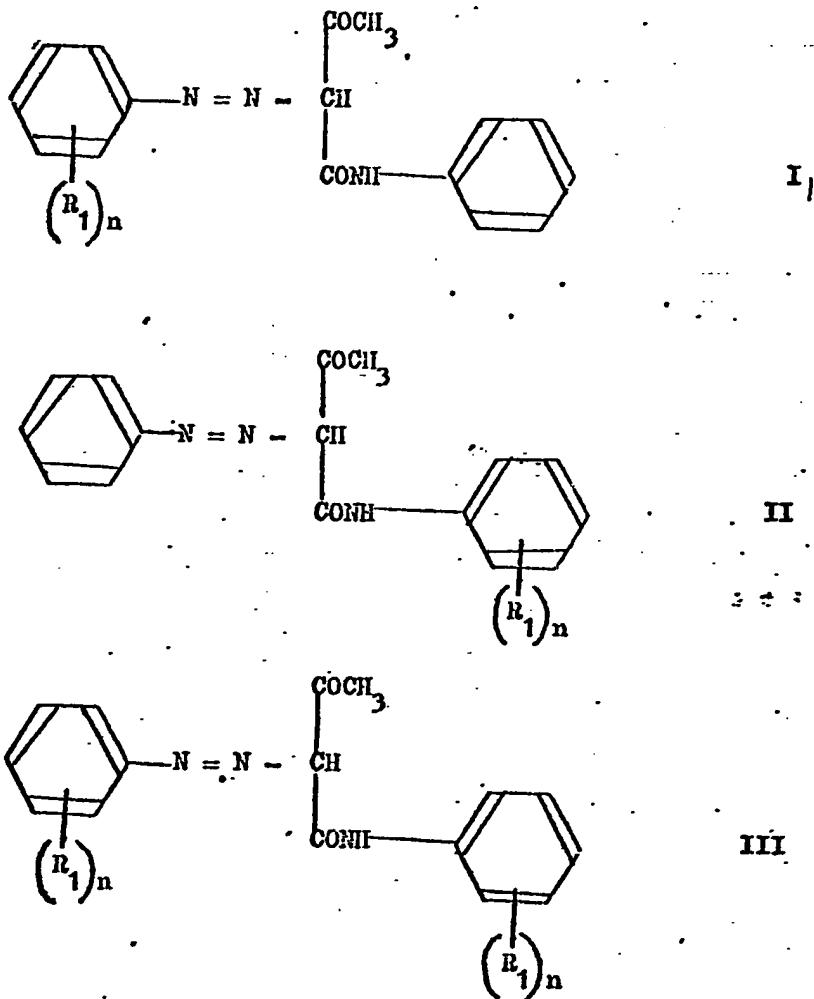
Die Einarbeitung des Farbstoffs kann auf einer Vielzahl von Wegen erfolgen. Bei einem Verfahren wird ein stöchiometrischer Überschuß des Pigmentkupplungsmittels, bezogen auf das diazotierte Pigmentanilin, verwendet. Ein geringer Anteil von einem oder mehreren diazotierten Anilinen, die Gruppen enthalten, die Wasserlöslichkeit verleihen, wird zu dem diazotierten Pigmentanilin vor dem Kuppeln oder zu einem Teil des Pigmentkupplungsmittels vor dem Kuppeln oder zu der Reaktionsmischung während oder nach dem Kuppeln zugegeben.

Bei einem anderen Verfahren wird ein stöchiometrischer Überschuß des diazotierten Pigmentanilins, bezogen auf das Pigmentkupplungsmittel, verwendet und ein geringer Anteil von einem oder mehreren Kupplungsmitteln, die funktionelle Gruppen enthalten, die Wasserlöslichkeit bewirken, wird zu dem Pigmentkupplungsmittel vor dem Kuppeln oder zu einem Teil des diazotierten Pigmentanilins vor dem Kuppeln oder zu der Reaktionsmischung während oder nach dem Kuppeln zugefügt.

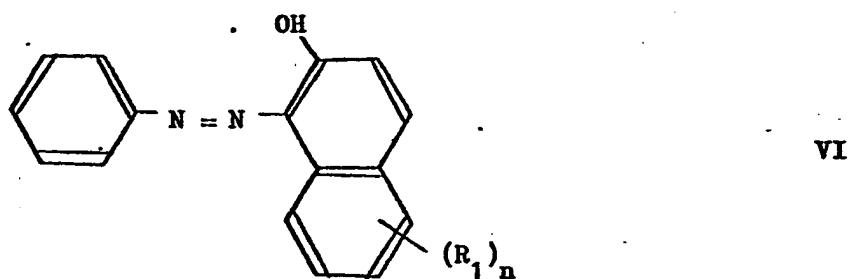
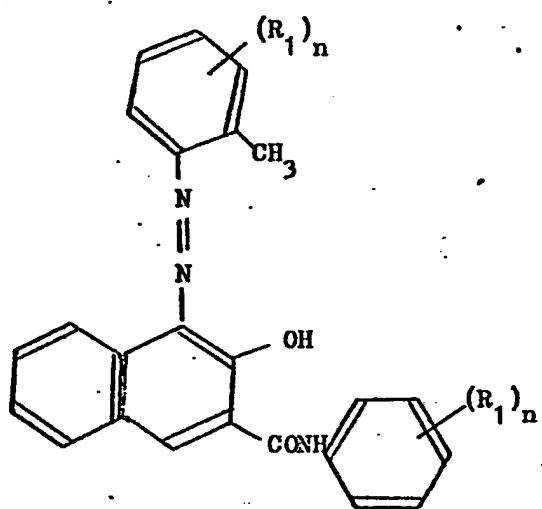
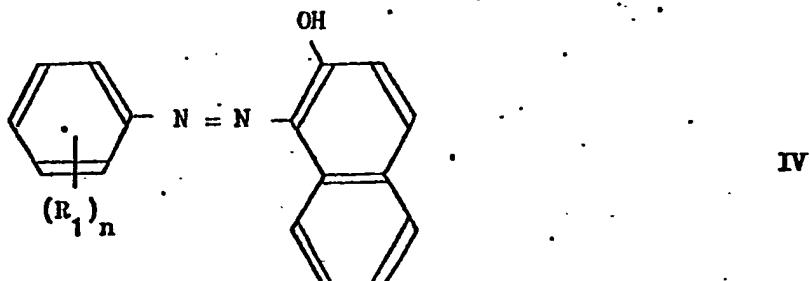
Die gewünschte Modifizierung der Eigenschaften der Pigmente kann man ebenfalls erfindungsgemäß erreichen, wenn man einen oder mehrere lösliche Farbstoffe zu dem diazotierten Pigment-

anilin vor dem Kuppeln oder zu einem Teil des Pigmentkupplungsmittels vor dem Kuppeln oder zu der Reaktionsmischung während oder nach dem Kuppeln oder zu dem zuvor hergestellten Pigment zuführt oder indem man das Kuppeln des Pigments in einer Lösung eines solchen löslichen Farbstoffs durchführt. In solchen Fällen ist es nicht erforderlich, daß das Kupplungsmittel des Farbstoffs das gleiche ist wie das Kupplungsmittel im Pigment, noch ist es erforderlich, daß die diazotierten Aniline gleich sind. In der Tat muß der Farbstoff nicht eine ähnliche Struktur haben, wie das Pigment, das mit ihm modifiziert wird.

Der lösliche Farbstoff kann hergestellt werden, indem man ein geeignetes wassersolubilisiertes bzw. wasserlösliches Anilin oder substituiertes Anilin mit einem Kupplungsmittel, das keine Gruppen enthält, die Wasserlöslichkeit verleihen, kuppelt oder indem man ein diazotiertes Anilin oder ein substituiertes Anilin mit einem Kupplungsmittel kuppelt, das Gruppen enthält, die Wasserlöslichkeit verleihen, oder indem man ein diazotiertes Anilin oder ein substituiertes Anilin und ein Kupplungsmittel kuppelt, die beide Gruppen enthalten, die Wasserlöslichkeit verleihen. Der Ausdruck "Gruppen, die Wasserlöslichkeit verleihen" umfaßt Gruppen wie Sulfonsäure- und Carbonsäuregruppen und deren wasserlösliche Metallsalze, Aminogruppen und wasserlösliche Salze von Aminogruppen, beispielsweise solche, die mit Säuren gebildet werden. Die freien Säuren der sauren Farbstoffe können beispielsweise erhalten werden, indem man Lösungen der Natriumsalze der Farbstoffe, die man bei Kupplungsumsetzungen erhält, in Chlorwasserstoffsäure zum Sieden erhitzt. Beispiele von Farbstoffen, die erfindungsgemäß in Arylamidgelb eingearbeitet werden können, sind:



worin  $\text{R}^1 \text{SO}_3\text{H}$ ,  $\text{COOH}$  oder  $\text{NH}_2$ ,  $n$  1 oder 2 bedeuten. Weiterhin können zusätzliche Alykl-, Alkoxy-, oder Nitrogruppen oder Chloratome in einem oder beiden aromatischen Ringen vorhanden sein. Beispiele von Farbstoffen, die in  $\beta$ -Naphtholrots oder Arylamidrots eingearbeitet werden können, sind:



worin R<sub>1</sub> und n die bei den Formeln I, II und III gegebenen Bedeutungen besitzen und wobei jeder der Ringe weitere Substituenten wie Alkyl-, Alkoxy- oder Nitrogruppen und Chloratome enthalten kann.

Man kann zum Einarbeiten in die Pigmente Farbstoffe verwenden, deren molekulare und sterische Struktur sich stark von der der Pigmente unterscheidet. Es ist jedoch bevorzugt, daß die Strukturen des Pigments und des Farbstoffs im wesentlichen ähnlich sind. Der Anteil an Farbstoff in der Pigmentzusammensetzung wird im allgemeinen 0,1 bis 20 Gew.% der Gesamtpigmentzusammensetzung betragen. Gewünschtenfalls kann man den adsorbierten, löslichen Farbstoff bei einer späteren Herstellungsstufe des Pigments in unlösliche Form überführen, beispielsweise durch Bildung von unlöslichen Salzen von Metallen der Gruppen IA, IB, IIA, IIB, IIIA, IIIB und VIII des Periodischen Systems. Eine sehr geeignete Methode, unlösliche Salze zu bilden, besteht in einer doppelten Zersetzungsumsetzung zwischen dem Natriumsalz des Farbstoffs und einem wasserlöslichen Salz, des ausgewählten Metalls bei alkalischem pH-Wert wie bei 8 bis 9. Typische lösliche Metallsalze sind Zinksulfat, Magnesiumsulfat, Bariumchlorid, Aluminiumsulfat und Calciumchlorid. Es kann wünschenswert sein, die lösliche Farbstoffkomponente im Pigment auf diese Weise unlöslich zu machen. Es besteht aber eine Gefahr, daß der Farbstoff während der Waschstufe bei der Herstellung des behandelten Pigment verläuft bzw. auswäscht oder daß der Farbstoff in dem Farbenmedium verläuft. Die Retention des Farbstoffs in der Endpigmentzusammensetzung als wasserunlösliches Metallsalz bringt für das Pigment weitere Vorteile mit sich.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorteilhaft zusammen mit der Behandlung des Pigments mit bekannten Zusatzstoffen durchgeführt.

Eine Klasse von Zusatzstoffen, die vorteilhaft in die Pigmentzusammensetzung eingearbeitet wird, enthält aliphatische Amine oder Aminoxyde. Eine solche Behandlung von erfindungsgemäß hergestellten Pigmenten ergibt Produkte,

die wärmestabil sind und die leicht in Dekorationsfarbenmedien dispergierbar sind. Amine und Aminoxyde, die besonders wertvoll sind, enthalten 8 bis 20 Kohlenstoffatome, und sie werden im allgemeinen in Anteilen von 0,1 bis 35%, berechnet auf das Gewicht des Pigments plus des Farbstoffs, verwendet. Beispiele von Aminen, die verwendet werden können, sind Mischungen aus primären Aminen, wie solche, die unter dem Warenzeichen "Armeen T" verkauft werden, Aminharze, wie solche, die unter dem Warenzeichen "Rosin Amine D" verkauft werden, N-langkettige Alkylalkyldiamine wie solche, die unter dem Handelsnamen "Duomeen" verkauft werden, Polyamine wie N-Cocostri-methylendiamin-N'-propylamin, Polyamid/Polyamin-Derivate, wie solche, die unter dem Handelsnamen "Merginamide" verkauft werden, B-Amine, wie solche, die unter dem Warenzeichen "Armeen L11 und L15" verkauft werden, äthoxylierte Fettamine und -diamine wie solche, die unter dem Warenzeichen "Ethomeen" und "Ethoduomeen" verkauft werden, und Derivate dieser Verbindungen.

Eine andere übliche Behandlung von Pigmenten ist als Lösungsmittelbehandlung bekannt. Bei diesem Verfahren wird im allgemeinen eine wäßrige Paste oder eine wäßrige Suspension des Pigments mit einem wasserunlöslichen organischen Lösungsmittel behandelt, wobei die Behandlung häufig darin besteht, daß man die Paste oder die Suspension und ein Lösungsmittel zum Sieden erwärmt und dann das Pigment abfiltriert. Beispiele von Lösungsmitteln, die verwendet werden können, sind aromatische Kohlenwasserstoffe, chlorierte Kohlenwasserstoffe, Ester, Äther, Nitroverbindungen, Nitrile und heterocyclische Verbindungen. Spezifische Beispiele von geeigneten Lösungsmitteln sind Tetralin, Dibenzyläther und o-Dichlorbenzol. Die Lösungsmittelbehandlung von erfahrungsgemäß hergestelltem Pigment liefert Produkte, die wärmestabil sind und die bessere Fließeigenschaften als die nichtbehandelten Pigmente besitzen.

Andere bekannte Behandlungen von Pigmenten schließen die Verwendung von oberflächenaktiven Mitteln oder von Kolophoniumharzen und deren Derivaten ein. Von besonderem Wert ist in diesem Fall die Behandlung von Pigmentzusammensetzungen, die erfindungsgemäß hergestellt wurden, mit nichtionischen oberflächenaktiven Mitteln wie mit Äthylenoxyd/Fettalkohol-Kondensaten, die unter dem Handelsnamen "Lubrol W" verkauft werden. Beispiele von Kolophonium, Harzen und Derivaten sind unreine Mischungen von Materialien, die ein Abietinsäureskelett enthalten wie WW Gum Rosin und solche, die unter dem Handelsnamen "Staybelite Resin" und "Dymerex Resin" verkauft werden, und kolophoniummodifizierte phenolische Harze, die unter dem Warenzeichen "Beckacite" verkauft werden. Behandlung von Pigmenten, die erfindungsgemäß hergestellt wurden, mit Harzen verbessert die Dispersionsfähigkeit des Produkts.

Die folgenden Beispiele erläutern die Erfindung, ohne sie jedoch zu beschränken. Alle Teile und Anteile sind, wenn nicht anders angegeben, durch das Gewicht ausgedrückt.

B e i s p i e l 1

Eine wässrige Aufschlämmung aus Arylamidgelb 10G-Pigment wurde hergestellt, indem man eine Diazolösung, die aus 41,0 Teilen p-Chlor-o-nitroanilin mit einem gemischten Kupplungsmittel, das 44,2 Teile Acetoacet-o-chloranilid und 6,2 Teile Acetoacet-o-anisidid enthielt, unter Verwendung von Natriumacetat als Puffer hergestellt war, kuppelte. Eine wässrige Lösung, die 2,7 Teile Acetoacet-o-chloranilid und 0,6 Teile Natriumhydroxyd enthielt, wurde dann zugegeben und anschließend fügte man dazu eine Diazolösung, die aus 3,14 Teilen Anilin-2,5-disulfonsäure hergestellt worden war. Nach Beendigung der Kupplung wurde die Aufschlämmung mit Natriumhydroxyd neutralisiert und eine wässrige Lösung, die 4,5 Teile 3-Octadecylaminopropylamin, das unter dem Warenzeichen "Duomeen T" verkauft wird,

und 1,5 Teile Essigsäure enthielt, wurde zugefügt. Die Aufschlammung wurde auf 70°C erwärmt und das Pigment wurde durch Filtration abgetrennt, von wasserlöslichen Verunreinigungen durch Waschen befreit und getrocknet.

Wurde die Pigmentzusammensetzung bei erhöhter Temperatur von 70°C unter Verwendung einer hochgeschwindigen Rühr-Auflösegefäß-Vorrichtung in ein Dekorationsfarbenmedium eingearbeitet, so zeigte die Zusammensetzung keinen Verlust in der Farbkraft, verglichen mit einer Dispersion, die sorgfältig bei niedriger Temperatur hergestellt worden war. Ein Pigment, das auf genau gleiche Weise hergestellt wurde, mit der Ausnahme, daß man auf die Einarbeitung des Farbstoffs verzichtete, zeigt einen Verlust von 30% in der Farbkraft unter ähnlichen Bedingungen, und weiterhin ergab es eine Farbe mit viel schlechteren Fließeigenschaften.

### Beispiel 2

Das Verfahren von Beispiel 1 wurde wiederholt mit der Ausnahme, daß man 5,8 Teile eines Farbstoffs, hergestellt durch Kuppeln einer Diazolösung aus p-Chlor-o-nitroanilin und Acetoacetanilid-4-sulfonsäure, anstelle des Farbstoffs, der aus Acetoacet-o-chloranilid und Anilin-2,5-disulfonsäure hergestellt worden war, verwendete. Man fand, daß die erhaltene Pigmentzusammensetzung die gleichen Vorteile im Vergleich mit dem nichtbehandelten Pigment zeigte wie das Pigment von Beispiel 1.

### Beispiel 3

Eine Diazolösung, hergestellt aus 99,8 Teilen-m-Nitro-p-toluidin, wurde in eine Aufschlammung aus 118 Teilen Acetoacetanilid und 10,0 Teilen Farbstoff, hergestellt durch Kuppeln von diazotierter Anilin-2,5-disulfonsäure mit Acetoacetanilid, in einem feinen Strahl gegeben. Beim Kuppeln wurde der pH-Wert auf 4,5 bis 5,0 einreguliert.

Nach dem Kuppeln wurde die Aufschlämmung auf 70° erwärmt, die Pigmentzusammensetzung wurde abfiltriert, von löslichen Salzen durch Waschen befreit und bei 50 bis 55°C getrocknet.

Wurde die Pigmentzusammensetzung in einem Dekorationsfarbensystem bei erhöhten Temperaturen von 70°C unter Verwendung einer hochgeschwindigen Rühr-Auflösegefäß-Vorrichtung dispergiert, so zeigte die Pigmentzusammensetzung keinen Verlust in der Färbekraft, wenn man sie mit einer Dispersion verglich, die sorgfältig bei niedriger Temperatur hergestellt worden war.

Ein Pigment, das auf gleiche Weise hergestellt wurde, mit der Ausnahme, daß der Farbstoff ausgelassen wurde, zeigte einen Verlust von 10% in der Färbekraft unter ähnlichen Bedingungen, und die erhaltene Farbe hatte wesentlich schlechtere Fließeigenschaften.

#### Beispiel 4

Das in Beispiel 3 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß man anstelle des in Beispiel 3 verwendeten Farbstoffs 10 Teile eines Farbstoffs verwendete, der durch Kuppeln von diazotierter m-Nitrosulfonilsäure und Acetoacetanilid hergestellt worden war. Man fand, daß die erhaltene Pigmentzusammensetzung die gleichen Vorteile im Vergleich mit dem nichtbehandelten Pigment zeigte, wie die in Beispiel 3 hergestellte Pigmentzusammensetzung.

#### Beispiel 5

Das in Beispiel 3 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß 10 Teile eines Farbstoffs, der durch Kuppeln von diazotiertem m-Nitro-p-toluidin und Acetoacetanilid-4-sulfonsäure hergestellt worden war, anstelle des in Beispiel 3 verwendeten Farbstoffs eingesetzt wurden.

Man fand, daß die erhaltene Pigmentzusammensetzung die gleichen Vorteile im Vergleich mit dem nichtbehandelten Pigment zeigte wie die Pigmentzusammensetzung, die gemäß dem Verfahren von Beispiel 3 hergestellt worden war.

B e i s p i e l 6

Das in Beispiel 3 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit dem zusätzlichen Merkmal, daß 12 Teile Rosin Amine D, gelöst in 3 Teilen Essigsäure/50 Teile Wasser, zu der Pigment/Farbstoff-Aufschlämmung vor dem Erwärmen zugefügt wurden.

Man fand, daß die Pigmentzusammensetzung viel leichter in Farbmedien dispergierbar war als die in Beispiel 3 hergestellte Zusammensetzung, wobei die ausgezeichnete Färbe- kraft und die Wärmestabilität der Zusammensetzung erhalten blieben.

B e i s p i e l 7

Das in Beispiel 3 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit dem weiteren Merkmal, daß 45,4 Teile Beckacite 1624-Harz, gelöst in 5,6 Teilen Natriumhydroxyd, in 800 Teilen Wasser zu der Pigment/Farbstoff-Aufschlämmung bei einem pH von 8,5 vor der Erwärmungsstufe zugefügt wurden. Die Temperatur der Aufschlämmung wurde dann auf 70°C während 60 Minuten erhöht. Während 10 Minuten fügte man verdünnte Essigsäure hinzu, bis der pH-Wert der Aufschlämmung auf 5,0 fiel. Die Aufschlämmung wurde dann filtriert und die Pigmentzusammensetzung, die man erhielt, wurde mit Wasser gewaschen und bei 50°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung hatte ähnliche ausgezeichnete Eigenschaften wie die in Beispiel 6 hergestellte Pigmentzusammensetzung.

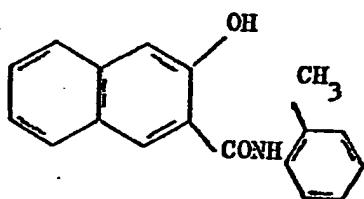
B e i s p i e l 8

1800 Teile einer Diazolösung, hergestellt aus 58,0 Teilen m-Nitro-p-toluidin und 1000 Teilen Wasser, das 57,8 Teile Natriumsalz von  $\beta$ -Naphthol enthielt, wurden gleichzeitig in einem feinen Strahl in eine mit Natriumacetat gepufferte Lösung von 8,2 Teilen Farbstoff gegeben, der durch Kuppeln von diazotierter Anilin-2,5-disulfonsäure mit  $\beta$ -Naphthol in 800 Teilen Wasser hergestellt worden war.

Nachdem das Kuppeln beendigt war, wurde die Aufschlammung bei einem End-pH-Wert von 5,0 auf 60°C erwärmt, und dann wurde die Pigmentzusammensetzung abfiltriert, von wasserlöslichen Salzen durch Waschen befreit und bei 50 bis 55°C getrocknet. Das Produkt hatte einen reineren, leuchtenden Farbton und es zeigte besseren Glanz und bessere Fließeigenschaften als das auf gleiche Weise, aber ohne Farbstoff hergestellte Pigment.

B e i s p i e l 9

103 Teile Naphthol AS-D



wurden in 28,8 Teilen Natriumhydroxyd in 1000 Teilen Wasser gelöst. 11,0 Teile Turkey Red-Öl wurden zugefügt. Das Naphthol AS-D wurde durch Zugabe von 24,0 Teilen Eisessig und 27,8 Teilen Chlorwasserstoffsäure in 1000 Teilen Wasser erneut ausgefällt. Zu dieser Aufschlammung gab man in einem geeigneten Kupplungsreaktionsgefäß 8,0 Teile Farbstoff, den man durch Kuppeln von diazotierter Anilin-2,5-disulfonsäure mit Naphthol AS-D in 800 Teilen Wasser hergestellt hatte.

209809/1451

Im Verlauf von 1 1/2 Stunden wurden dann 1000 Teile einer Diazolösung, hergestellt aus 54,3 Teilen p-Nitro-o-toluidin, in einem feinen Strahl in das Reaktionsgefäß bei 40°C gegeben. Der pH-Wert wurde dann auf 6,0 bis 6,5 eingestellt, die Aufschämmung wurde filtriert und die Pigmentzusammensetzung wurde durch Waschen von wasserlöslichen Salzen befreit und bei 50 bis 55°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung zeigte besseren Glanz und bessere Fließeigenschaften, wenn sie in Dekorationsfarbenmedien dispergiert war wie ein Pigment, das man hergestellt hatte, ohne den sulfonierten Farbstoff einzuarbeiten.

B e i s p i e l 10

Eine Diazolösung, hergestellt aus 99,8 Teilen m-Nitro-p-toluidin, wurde mit 109,2 Teilen Acetoacetanilid und 9,0 Teilen Acetoacet-o-toluidid in Anwesenheit von 10,0 Teilen Farbstoff, hergestellt durch Kuppeln von diazotiertem 2-Amino-5methylbenzolsulfonsäure mit Acetoacetanilid, gekuppelt. Der pH-Wert wurde beim Kuppeln bei 4,5 bis 5,0 gehalten. Nach dem Kuppeln wurde die Aufschämmung auf 70°C erwärmt, die Pigmentzusammensetzung abfiltriert, durch Waschen mit Wasser von wasserlöslichen Salzen befreit und bei 50 bis 55°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung zeigte, wenn sie in Dekorationsfarbenmedien dispergiert war, bessere Farbkraft, besseren Glanz und bessere Fließeigenschaften als ein Pigment, das auf ähnliche Weise, aber ohne daß man den sulfonierten Farbstoff eingearbeitet hatte, hergestellt worden war.

B e i s p i e l 11

Das Verfahren, das in Beispiel 10 beschrieben ist, wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß 10 Teile Farbstoff, hergestellt durch Kuppeln von diazotierter 2-Naphthylamin-1-

sulfonsäure mit Acetoacetanilid anstelle des in diesem Beispiel verwendeten Farbstoffs, eingesetzt wurden. Man fand, daß die hergestellte Pigmentzusammensetzung die gleichen Vorteile im Vergleich mit nichtbehandeltem Pigment zeigte, wie die in Beispiel 10 hergestellte Pigmentzusammensetzung.

B e i s p i e l 12

Das in Beispiel 10 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß 10 Teile Farbstoff, hergestellt durch Kuppeln von diazotierter 2-Nphthylamin-6,8-disulfonsäure mit Acetoacetanilid, anstelle des in dem Beispiel verwendeten Farbstoffs eingesetzt wurden. Man fand, daß die hergestellte Pigmentzusammensetzung die gleichen Vorteile im Vergleich mit nichtbehandeltem Pigment zeigte, wie die in Beispiel 10 hergestellte Pigmentzusammensetzung.

B e i s p i e l 13

Eine Diazolösung aus 45,3 Teilen p-Nitroanilin wurde mit 59,0 Teilen Acetoacetanilid in Anwesenheit von 5,2 Teilen eines Farbstoffs gekuppelt, den man hergestellt hatte, indem man diazotierte Anilin-2,5-disulfonsäure mit Acetoacetanilid kuppelte. Während des Kuppeln wurde der pH-Wert bei 4,8 bis 5,0 gehalten. Nach dem Kuppeln wurde die Aufschlämmung auf 70°C erwärmt, die Pigmentzusammensetzung wurde abfiltriert, durch Waschen von wasserlöslichen Salzen befreit und bei 50 bis 55°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung zeigte, wenn sie in Dekorationsfarbmedien dispergiert war, überlegene Fließeigenschaften, verglichen mit einem Pigment, das auf ähnliche Weise, aber ohne den sulfonierten Farbstoff hergestellt worden war.

B e i s p i e l 14

Eine wäßrige Aufschlämmung aus gelbem Pigment wurde erhal-

ten, indem man eine Diazolösung, hergestellt auf übliche Weise aus 16,80 Teilen 5-Nitro-2-aminoanisol, und eine wäßrige Aufschlämmung aus 21,00 Teilen Acetoacet-2-anisidid unter Verwendung von Natriumacetat als Puffermittel kuppelte.

Zu der Aufschlämmung fügte man 0,96 Teile eines sulfonierten Azofarbstoffs, hergestellt durch Kuppeln von o-Nitroanilin-p-sulfonsäure und Acetoacet-2-chloranilid. Die Mischung wurde dann zum Sieden erwärmt und 30 Minuten unter Sieden erwärmt. Die Pigmentzusammensetzung wurde durch Filtration isoliert, von wasserlöslichen Verunreinigungen durch Waschen mit Wasser befreit und bei 50°C getrocknet.

Wurde diese Pigmentzusammensetzung in eine lithographische Farbe eingearbeitet, so zeigte sie bessere Farbkraft, bessere Transparenz und bessere Fließeigenschaften als ein Pigment, das auf genau die gleiche Weise, aber ohne Einarbeitung des sulfonierten Farbstoffs, hergestellt worden war.

Der Farbstoff, der durch Kuppeln von o-Nitro-p-sulfonsäure und Acetoacet-2-chloranilid-Farbstoff hergestellt worden war, kann durch andere sulfonierte Farbstoffe ersetzt werden, wie durch solche, die durch Kuppeln von Benzidin-2,2'-disulfonsäure und Acetoacetanilid und Benzidin-2,2'-disulfonsäure und Acetoacet-2,4-xylidid hergestellt worden waren, wobei man die gleichen guten Ergebnisse erhielt.

#### Beispiel 15

Eine Diazolösung wurde auf übliche Weise aus 164,0 Teilen 4-Chlor-2-nitroanilin hergestellt.

Eine Kupplungslösung (1) wurde hergestellt, die 13,6 Teile Acetoacet-2-anisidid und 3,2 Teilen Natriumhydroxyd enthielt.

Eine Kupplungslösung (2) wurde hergestellt, die 188,0 Teile Acetoacet-2-chloranilid und 43,2 Teile Natriumhydroxyd enthielt.

Die Diazolösung wurde gleichzeitig mit der Kupplungslösung (1) in ein Kupplungsgefäß gegeben, das 4,0 Teile Essigsäure und 35,4 Teile Natriumacetat enthielt. Nachdem die Kupplungslösung (1) verbraucht war, wurde das Kuppeln unter Verwendung der Kupplungslösung (2) fortgesetzt, bis das Kuppeln der Diazoverbindung beendigt war. 2,2 Teile Acetoacet-2-chloranilid wurden dann zugefügt und der pH-Wert wurde auf 5,0 mit 10%iger Natriumhydroxydlösung eingestellt. Die Aufschlammung wurde während 30 Minuten auf 95°C erwärmt und dann auf 70°C gekühlt. Eine Diazosuspension, die auf übliche Weise aus 2,25 Teilen 2-Nitroanilin-4-sulfonsäure hergestellt worden war, wurde dann zugefügt und anschließend gab man eine Lösung hinzu, die 16,0 Teile Rosin Amine D und 3,3 Teile Essigsäure enthielt. Nachdem man 30 Minuten bei 70°C gerührt hatte, wurde die Pigmentzusammensetzung abfiltriert, durch Waschen von wasserlöslichen Verunreinigungen befreit und bei 50°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung zeigte keinen Verlust in der Farbstärke, wenn sie in einer langkettigen Sojabohnenöl-modifizierten Alkyd-Dekorationsfarbe bei 80°C unter Verwendung einer hochgeschwindigen Rühr-Auflösevorrichtung dispergiert wurde, verglichen mit einer Dispersion, die sorgfältig bei niedriger Temperatur hergestellt worden war. Ein Pigment, das auf genau gleiche Weise hergestellt worden war, wo man aber auf die Einarbeitung des Azofarbstoffs aus o-Nitroanilin-p-sulfonsäure, gekuppelt mit Acetoacet-o-chloranilid, verzichtete, zeigte einen Verlust von 30% in der Farbstärke und es ergab eine Farbe, die wesentlich schlechtere Fließeigenschaften besaß.

B e i s p i e l 16

Eine wäßrige Aufschlammung aus Arylamidgelb 10G-Pigment wurde hergestellt, indem man eine Diazolösung, hergestellt aus 164,0 Teilen 4-Chlor-1-nitroanilin mit 13,6 Teilen Acetoacet-2-anisidid und 188,0 Teilen Acetoacet-2-chloranilid wie in Beispiel 15 beschrieben, kuppelte. Der pH-Wert der Aufschlammung wurde mit 10%iger Natriumhydroxydlösung auf 5,5 eingestellt und eine wäßrige Lösung von 7,5 Teilen sulfoniertem Azofarbstoff, gebildet durch Kuppeln von Benzidin-2,2'-disulfonsäure und Acetoacetanilid, wurde zugegeben. Eine Lösung, die 16,0 Teile Rosin Amine D und 3,3 Teile Essigsäure enthielt, wurde dazugefügt und die Aufschlammung wurde auf 70°C erwärmt. Die Pigmentzusammensetzung wurde abfiltriert, durch Waschen von wasserlöslichen Verunreinigungen befreit und bei 55°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung zeigte ähnliche Vorteile in Dekorationsfarbenmedien, verglichen mit nichtbehandeltem Pigment wie die in Beispiel 15 hergestellte Pigmentzusammensetzung.

B e i s p i e l 17

Das in Beispiel 15 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, wobei man als sulfonierte Azofarbstoff 18,3 Teile 2-Nitroanilin-4-sulfonsäure, gekuppelt mit Acetoacetanilid-4-sulfonsäure verwendete.

Die hergestellte Pigmentzusammensetzung zeigte gleiche Vorteile in Dekorationsfarbenmedien wie die Pigmentzusammensetzung, die man in Beispiel 15 hergestellt hatte.

B e i s p i e l 18

Das in Beispiel 3 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß man als Farbstoff 10 Teile des Farbstoffs verwendete, den man erhielt, indem man Diazoanthranil-

säure und Acetoacetanilid-4-sulfonsäure kuppelte, und man nicht Diazoanilin-2,5-disulfonsäure, gekuppelt mit Acetoacetanilid, verwendete.

Die Pigmentzusammensetzung hatte bessere Fließeigenschaften in Dekorationsfarbenmedien wie ein Pigment, das auf gleiche Weise ohne sulfonierten Farbstoff hergestellt worden war.

Beispiel 19

- i) Eine Diazosuspension wurde aus 174 Teilen 3-Nitro-4-aminotoluol in 3000 Teilen Wasser bei 0°C hergestellt.
- ii) Eine Diazolösung wurde aus 15,0 Teilen Anilin-2,5-disulfonsäure in 500 Teilen Wasser bei 0°C hergestellt.

Die Diazokomponenten i) und ii) wurden dann vermischt.

- iii) In einem Kupplungsgefäß wurde eine Lösung aus 91,5 Teilen 1-Naphthol in 26,1 Teilen Natriumhydroxyd bei 60°C und 1250 Teilen Wasser hergestellt. Diese Mischung wurde mit Wasser auf 1750 Teile verdünnt und dann auf 10°C abgekühlt.

Die Mischung der Diazokomponenten wurde dann in einem feinen Strahl zugefügt, bis man 1900 Teile zugegeben hatte.

91,5 Teile 1-Naphthol in 26,1 Teilen Natriumhydroxyd und 1750 Teilen Wasser wurden dann bei 10°C zugegeben. Die restliche Diazokomponente wurde dann langsam zugefügt.

Die Aufschlammung wurde in drei Teile geteilt.

Zu Teil A fügte man 5 Gew.-%. Cetylalkohol, erwärme die Aufschlammung auf 60°C, hielt sie 40 Minuten bei 60°C, filtrierte die Pigmentzusammensetzung ab, entfernte wasserlösliche Verunreinigungen durch Waschen mit Wasser und trocknete bei 50°C.

Zu Teil B fügte man 5 Gew.% Cetylalkohol, kondensiert mit 25 Mol Äthylenoxyd, der unter dem Handelsnamen "Lubrol W" verkauft wird, und behandelte die Aufschlämmung wie in Teil A.

Teil C der Aufschlämmung wurde auf 60°C erwärmt, bei 60°C während 80 Minuten gehalten und dann wie in Teil A weiterverarbeitet.

Das oben beschriebene Kuppeln und die oben beschriebenen Behandlungen wurden wiederholt, mit der Ausnahme, daß die Diazoanilin-2,5-disulfonsäure ausgelassen wurde und die Menge an 2-Naphthol entsprechend vermindert wurde.

Die erfindungsgemäß hergestellten Pigmentzusammensetzungen zeigten größere Transparenz und bessere Färbekraft als die ohne Farbstoff hergestellten Pigmente.

B e i s p i e l 20

- i) Diazo-2,4-dichloranilin wurde aus 14,0 Teilen 2,4-Dichloranilin auf übliche Weise hergestellt.
- ii) Diazoanilin-2,5-disulfonsäure wurde aus 1,0 Teilen Anilin-2,5-disulfonsäure auf übliche Weise hergestellt.

Die zwei Diazolösungen wurden vermischt.

18,2 Teil Naphthol AS-G (das Bisacetoacetderivat von o-Toluidin) wurden in 13,4 Teilen Natriumhydroxyd und 200 Teilen Wasser bei 50°C gelöst. Zu der Lösung fügte man verdünnte Essigsäure, bis der pH-Wert unter 7,0 war. Die Diazolösung wurde während 20 Minuten zugefügt, wobei der pH-Wert durch geringe Zugaben 10%iger Natriumhydroxydlösung über 4,0 gehalten wurde.

Die Aufschlämmung wurde auf 50°C erwärmt, 30 Minuten gehalten und dann fügte man weiteres Naphthol AS-G hinzu, bis kein

2135468

Überschuß an Diazoverbindung mehr vorhanden war. Die Aufschlammung wurde eine halbe Stunde zum Sieden erhitzt, die Pigmentzusammensetzung wurde durch Filtration isoliert, von wasserlöslichen Verunreinigungen durch Waschen befreit und bei 50°C getrocknet.

Die Pigmentzusammensetzung hatte einen besseren Glanz und bessere Transparenzeigenschaften in Druckfarben als ein Pigment, das hergestellt worden war, ohne Anilindisulfonsäure und bei entsprechender Verminderung in der Menge von Naphthol AS-G.

B e i s p i e l 21

3-Nitro-4-aminotoluol (58 Teile) wurden mit konzentrierter Chlorwasserstoffsäure (84,7 Teile) und Wasser (100 Teile) während 30 Minuten bei Zimmertemperatur angeteigt. Man fügte dann Eis hinzu, bis die Temperatur unter 0°C fiel und diazotierte mit Natriumnitrit (27,2 Teile) während 4 Stunden, wobei man die Temperatur durch weitere Eiszugabe bei 0 bis -2°C hält. Bei Beendigung der Diazotierung wurde die Lösung mit Aktivkohle (2 Teile) behandelt und über Filterhilfe (5 Teile) filtriert und dann mit Wasser und Eis bei 0° auf 1500 Teile aufgefüllt. Die Lösung wurde dann durch Zugabe von Natriumacetat (27,5 Teile) gepuffert.

Eine Lösung aus der Kupplungskomponente wurde dann hergestellt, indem man 2-Naphthol (54,9 Teile) und 2-Naphthol-6-sulfonsäure (4,5 Teile) in 1000 Teilen Wasser, das Natriumhydroxyd (24,8 Teile) enthielt, bei 60°C löste. Das Lösungsmittelvolumen wurde dann durch Zugabe von Eis und Wasser bei 10°C auf 1500 Teile verdünnt.

Man kuppelte, indem man die Diazolösung in die Lösung der Kupplungskomponente in einem feinen Strahl während einer Stunde bei 10°C einlaufen ließ, so daß der End-pH-Wert auf ungefähr 5,0 fiel und man keinen Überschuß an Diazokomponente feststellen konnte. Die Pigmentaufschlammung wurde

209809 / 1451

dann auf 60° erwärmt, das Pigment wurde abfiltriert, gewaschen und bei 55° getrocknet.

Die entstehende Pigmentzusammensetzung war, wenn sie in Litholackfarben untersucht wurde, wesentlich stärker, leuchtender und gelber und transparenter als ein Pigment, das auf ähnliche Weise hergestellt worden war, wobei man aber 2-Naphthol-6-sulfonsäure durch 2-Naphthol (2,9 Teile) ersetzte.

Beispiel 22

Das in Beispiel 21 beschriebene Produkt wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß man 2-Naphthol-6-sulfonsäure durch 6,1 Teile 2-Naphthol-3,6-disulfonsäure ersetzte. Die hergestellte Pigmentzusammensetzung wurde in Litholackdruckfarben untersucht, und sie war stärker, leuchtender, gelber und transparenter als ein Pigment, das auf ähnliche Weise hergestellt worden war, wobei man aber 2-Naphthol-3,6-disulfonsäure durch 2-Naphthol ersetzt hatte.

Beispiel 23

Eine Pigmentzusammensetzung wurde wie in Beispiel 21 beschrieben hergestellt. Nach dem Kuppeln wurde ein Aminderivat von Holzkolophonium, das unter dem Warenzeichen "Rosin Amine D" verkauft wird (5,6 Teile), als Lösung in verdünnter Essigsäure (250 Teile) zugefügt. Die Aufschlämmung wurde dann auf 60° erwärmt, das Pigment wurde abfiltriert, gewaschen und bei 55° getrocknet, und man fand, daß es die gleichen Vorteile zeigte wie das Pigment von Beispiel 21, d.h. es war transparent und gab einen leuchtenden Farbton.

Beispiel 24

Das in Beispiel 20 beschriebene Verfahren wurde wiederholt, mit der Ausnahme, daß man 18,2 Teile Naphthol AS-G durch 13, Teile des Bisacetoacetderivats von p-Phenyldiamin ersetzte.

Man fand, daß die Pigmentzusammensetzung bessere Transparenz und besseren Glanz zeigte wie ein Pigment, das ohne Farbstoff hergestellt worden war.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung einer Arylamidgelb-Pigmentzusammensetzung, dadurch gekennzeichnet, daß man ein diazotiertes Pigmentanilin oder ein diazotiertes substituiertes Pigmentanilin mit einem Pigmentacetoacetylamin-Kupplungsmittel kuppelt und in das Pigment einen wasserlöslichen gekuppelten Farbstoff einarbeitet.
2. Verfahren zur Herstellung einer Arylamidgelb-Pigmentzusammensetzung, dadurch gekennzeichnet, daß man ein diazotiertes Pigmentanilin oder ein diazotiertes substituiertes Pigmentanilin mit einem Pigmentacetoacetylamin-Kupplungsmittel kuppelt und in der Pigment einen wasserlöslichen gekuppelten Arylamidfarbstoff einarbeitet.
3. Verfahren zur Herstellung einer  $\beta$ -Naphtholrot- oder Arylamidrot-Pigmentzusammensetzung, dadurch gekennzeichnet, daß man ein diazotiertes Pigmentanilin oder ein diazotiertes substituiertes Pigmentanilin mit einem Pigment- $\beta$ -naphthol oder mit einem substituierten Pigment- $\beta$ -naphthol oder mit einem Pigment-2-hydroxynaphthalin-3-carbonsäure-arylamid-Kupplungsmittel kuppelt und in das Pigment einen wasserlöslichen gekuppelten Farbstoff einarbeitet.
4. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man beim Kuppeln einen stöchiometrischen Überschuß des Pigmentkupplungsmittels zu dem diazotierten Pigmentanilin verwendet und daß ein kleiner Anteil eines diazotierten Anilins, das Gruppen, die Wasserlöslichkeit verleihen, enthält, zu dem diazotierten Pigmentanilin vor dem Kuppeln oder zu einem Teil des Pigmentkupplungsmittels vor dem Kuppeln oder zu der Reaktionsmischung während oder nach dem Kuppeln zufügt.

5. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein wasserlöslicher gekuppelter Farbstoff zu dem diazotierten Pigmentanilin vor dem Kuppeln oder zu einem Teil des Pigmentkupplungsmittels vor dem Kuppeln oder zu der Reaktionsmischung während oder nach dem Kuppeln zugefügt wird.
6. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß ein wasserlöslicher, gekuppelter Farbstoff zu einem zuvor hergestellten Pigment zugefügt wird.
7. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Kuppeln des Pigments in einer Lösung eines wasserlöslichen gekuppelten Farbstoffs durchgeführt wird.
8. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 und 4 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der wasserlösliche, gekuppelte Arylamidfarbstoff *in situ* in der Zusammensetzung in eine unlösliche Form überführt wird.
9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 und 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß in die Pigmentzusammensetzung ein aliphatisches Amin oder ein Aminoxyd eingearbeitet werden.
10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Amin oder das Aminoxyd 8 bis 20 Kohlenstoffatome enthält.
11. Verfahren gemäß Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß man von 0,1 bis 35 Gew.% Amin oder Aminoxyd verwendet, berechnet auf das Gewicht des Pigments plus des Farbstoffs.
12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 und 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Pigmentzusammensetzung einer Lösungsmittelbehandlung unterworfen wird.

13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 und 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Pigmentzusammensetzung mit einem nichtionischen oberflächenaktiven Mittel behandelt wird.

14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 2 und 4 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Pigmentzusammensetzung mit Kolophonium, einem Harz oder einem Harzderivat behandelt wird.

15. Pigmentzusammensetzung, hergestellt gemäß einem der Verfahren der Ansprüche 2 und 4 bis 14.

16. Pigmentzusammensetzung, hergestellt gemäß einem Verfahren der Ansprüche 1, und 3.

End of Result Set

 [Generate Collection](#) 

L25: Entry 12 of 12

File: DWPI

DERWENT-ACC-NO: 1972-06299T

DERWENT-WEEK: 200395

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Yellow or red pigments prep - by adding water soluble coupled dyes to pigment from coupling of diazotised aniline

## PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE	CODE
CIBA GEIGY AG	CIBA

PRIORITY-DATA: 1970GB-0034427 (July 16, 1970)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>BE 770037 A</u></a>			000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>NL 7109790 A</u></a>			000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>JP 47003186 A</u></a>			000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>DE 2135468 A</u></a>			000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>FR 2101733 A</u></a>			000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>US 3759733 A</u></a>			000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>GB 1356254 A</u></a>	June 12, 1974		000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>CA 962006 A</u></a>	February 4, 1975		000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>CH 564067 A</u></a>	July 15, 1975		000	
<input type="checkbox"/> <a href="#"><u>DE 2135468 B</u></a>	December 17, 1980		000	

INT-CL (IPC): C09B 17/00; C09B 29/32; C09B 67/00; C09D 11/02

ABSTRACTED-PUB-NO: BE 770037A

## BASIC-ABSTRACT:

Yellow arylamide pigments or red beta-naphthol or arylamide pigments are prep'd. by either (a) coupling an opt. subst. diazotised aniline with an acetoacetaryl amide, and incorporating a water soluble coupled dye, to give the yellow pigment, or (b) coupling an opt. subst. diazotised aniline with an opt. subst. beta-naphthol or an arylamide of 2-hydroxynaphthalene-3-carboxylic acid, and incorporating a water soluble coupled dye, to give the red pigment.

Used in paints and printing inks, the pigments show a high colouring power and excellent rheological properties. The yellow pigment can be incorporated in hot paint bases e.g. at 70 degrees C, without loss of colouring power.

TITLE-TERMS: YELLOW RED PIGMENT PREPARATION ADD WATER SOLUBLE COUPLE DYE PIGMENT  
COUPLE DIAZOTISE ANILINE